

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-082211

(43)Date of publication of application : 21.03.2000

(51)Int.Cl.

G11B 5/84
G03C 21/00

(21)Application number : 11-186059

(71)Applicant : HOYA CORP

(22)Date of filing : 30.06.1999

(72)Inventor : WATANABE TAKASHI
HASHIMOTO KAZUAKI

(30)Priority

Priority number : 10199773 Priority date : 30.06.1998 Priority country : JP

(54) PRODUCTION OF SUBSTRATE FOR INFORMATION RECORDING MEDIUM AND INFORMATION RECORDING MEDIUM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To continuously carry out uniform treatment for inhibiting the leaching of glass components from a glass-base substrate for a long time while maintaining the effect of the treatment by bringing the substrate into contact with a molten salt contg. at least a hydrogensulfate and/or a pyrosulfate and inhibiting the crystallization of the molten salt.

SOLUTION: The pyrosulfate is a salt of pyrosulfuric acid ($H_2S_2O_7$) and the hydrogensulfate is that of an alkali metal, an alkaline earth metal, ammonium or the like. A substrate for an information recording medium is immersed in the molten salt or only one face of the substrate is brought into contact with the molten salt. The temp. of the molten salt is preferably the melting temp. or liq. phase temp. to $500^{\circ}C$ and below the sublimation temp. of the molten salt. The crystallization of the molten salt is inhibited by feeding water to the molten salt or replenishing the water lost from the molten salt. The degeneration of the glass surface and the occurrence of foreign matter due to the migration of alkali metal ions to the surface are prevented.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 16.07.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3078281

[Date of registration] 16.06.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

Not Available Copy

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-82211
(P2000-82211A)

(43) 公開日 平成12年3月21日 (2000.3.21)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード* (参考)
G 1 1 B 5/84		G 1 1 B 5/84	Z
C 0 3 C 21/00	1 0 1	C 0 3 C 21/00	1 0 1

審査請求 有 請求項の数19 O L (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願平11-186059	(71) 出願人	000113263 ホーヤ株式会社 東京都新宿区中落合2丁目7番5号
(22) 出願日	平成11年6月30日 (1999.6.30)	(72) 発明者	渡邊 隆 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内
(31) 優先権主張番号	特願平10-199773	(72) 発明者	橋本 和明 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内
(32) 優先日	平成10年6月30日 (1998.6.30)	(74) 代理人	100103676 弁理士 藤村 康夫
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

(54) 【発明の名称】 情報記録媒体用基板の製造方法及び情報記録媒体

(57) 【要約】

【課題】 ガラス基板からのアルカリ等の溶出を高いレベルで抑制できるとともに、溶出防止処理の効果を持続しつつ長期間連続して均一に処理できる情報記録媒体用基板の製造方法等を提供する。

【解決手段】 情報記録媒体用のガラスを主成分とした基板を、硫酸水素塩及び／又はピロ硫酸塩を含有する熔融塩に接触させて、ガラス成分の溶出を抑制する処理を行う際に、熔融塩の結晶化を抑制する処理（例えば、熔融塩に水分を補う処理）を施す。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 情報記録媒体用のガラスを主成分とした基板を、少なくとも硫酸水素塩及び／又はピロ硫酸塩を含有する熔融塩に接触させて、ガラス成分の溶出を抑制する処理を行う際に、熔融塩の結晶化を抑制する処理を施すことを特徴とする情報記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 2】 前記熔融塩に接触させてガラス成分の溶出を抑制する処理、及び熔融塩の結晶化を抑制する処理を、ガラス基板の化学強化処理後に行い、前記熔融塩による処理を化学強化処理温度より少なくとも 50℃低い温度で行うことを特徴とする請求項 1 記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 3】 前記熔融塩に接触させてガラス成分の溶出を抑制する処理を、該熔融塩の昇華温度未満で行うことを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 4】 溶出を抑制するガラス成分が、アルカリイオンであることを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 5】 熔融塩の結晶化を抑制する処理が、熔融塩に水分を供給する処理であることを特徴とする請求項 1 乃至 4 のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 6】 熔融塩の結晶化を抑制する処理が、熔融塩から失われる水分を補う処理であることを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 7】 硫酸水素塩及び／又はピロ硫酸塩を含有する熔融塩が、さらに硫酸を加えてなる熔融塩であることを特徴とする請求項 1 乃至 6 のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 8】 水分の供給方法又は水分を補う方法が、熔融塩中に水蒸気を導入する方法であることを特徴とする請求項 5 又は 6 記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 9】 水分の供給方法又は水分を補う方法が、熔融塩を水蒸気雰囲気下に置く方法であることを特徴とする請求項 5 又は 6 記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 10】 水分の供給方法又は水分を補う方法が、熔融塩に硫酸水素塩を添加する方法であることを特徴とする請求項 5 又は 6 記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 11】 熔融塩の温度が、熔融温度又は液相温度～500℃であって、かつ熔融塩の昇華温度未満であることを特徴とする請求項 1 乃至 10 のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 12】 請求項 1 乃至 11 記載のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法によって、ガラス表面が、Si-O-Na の非架橋状態から、Si-O-N

a の Na⁺ がヒドロニウムイオンとイオン交換されて水和状態になり、その後、加熱脱水によってシラノール基が形成され、そのシラノール基が脱水されて、ガラス表面で Si-O-Si の架橋化がなされた状態にすることを特徴とする情報記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 13】 請求項 1 乃至 11 記載のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法によって、ガラス基板表面を、Si-O-Na の非架橋状態から、Si-O-Si の架橋化がなされた状態にすることを特徴とする情報記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 14】 情報記録媒体用基板が、化学強化処理を施されたガラス基板であることを特徴とする請求項 1 乃至 13 のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 15】 情報記録媒体用基板が、結晶化ガラス基板であることを特徴とする請求項 1 乃至 13 のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 16】 情報記録媒体用基板が、磁気抵抗型ヘッドで再生される磁気ディスクに使用される基板であることを特徴とする請求項 1 乃至 15 のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【請求項 17】 請求項 1 乃至 16 のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法を用いて得られた情報記録媒体用基板上に、少なくとも記録層を形成したことを特徴とする情報記録媒体。

【請求項 18】 ガラスを主成分とした製品を、少なくとも硫酸水素塩及び／又はピロ硫酸塩を含有する熔融塩に接触させて、ガラス成分の溶出を抑制する処理を行う際に、熔融塩の結晶化を抑制する処理を施すことを特徴とするガラス製品の製造方法。

【請求項 19】 前記熔融塩に接触させてガラス成分の溶出を抑制する処理を、該熔融塩の昇華温度未満で行うことを特徴とする請求項 18 に記載のガラス製品の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、情報記録媒体用基板の製造方法及び情報記録媒体等に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、情報記録媒体用基板として、他の材料と比較して各種特性に優れたガラス基板やセラミック基板が注目されている。詳しくは、磁気ディスク用基板としては、アルミニウム基板が多く用いられていたが、磁気ディスクの小型化、薄板化や磁気ヘッドの低浮上化の要請に伴い、アルミニウム基板に比べ小型化、薄板化が容易で平坦度が高く磁気ヘッドの低浮上化等が容易であるため、ガラス基板やセラミック基板を用いる割合が増えてきている。

【0003】 情報記録媒体用基板としてガラス基板を用いる場合、耐衝撃性や耐振動性を向上させ衝撃や振動に

よって基板が破損するのを防止する目的で、ガラス基板表面に化学強化処理を施して強度向上を図る場合が多い。化学強化処理としては、例えば、ガラス中のアルカリイオンを、それよりもイオン半径の大きいアルカリイオンと置換し、イオン交換部の容積増加によってガラス表層に強い圧縮応力を発生させてガラス表面を強化する方法（イオン交換法）等による場合が多い。イオン交換法を用いて化学強化を行う場合、その原理上アルカリイオンを含有したガラス基板を使用する必要がある。なお、アルカリイオンを含有した情報記録媒体用ガラス基板の中には、化学強化処理を施さなくても所定の強度を有する硝種（例えば、高原子価ガラスなど）もある。

【0004】情報記録媒体用基板としてセラミック（例えば、結晶化ガラス）基板を用いる場合は、結晶化によって耐衝撃性及耐振動性が向上するので、通常化学強化処理は必要としない。

【0005】情報記録媒体用基板としてガラスやセラミック基板を用いる場合、ガラスやセラミック基板に含まれるアルカリの溶出が問題となることが多く、アルカリの溶出を極力抑えることが望ましい。イオン交換処理後のガラス基板についてもアルカリの溶出が問題となる。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】上述したように、情報記録媒体用基板としてガラスやセラミック基板を用いる場合、アルカリの溶出が問題となるが、アルカリの溶出を高いレベルで抑制する技術はほとんど開発されていない。

【0007】本発明は上記背景の下になされたものであり、ガラス基板からのアルカリや他の成分の溶出を高いレベルで抑制できるとともに、処理の効果を持続しつつ長期間連続して均一に処理できる情報記録媒体用基板の製造方法等の提供を目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】本願出願人は、アルカリイオンを含有した情報記録媒体用ガラス基板を、硫酸水＊（硝種：高原子価イオン含有ガラス）

＊素塩等の熔融塩に浸漬して処理することで、アルカリの溶出を著しく抑えることができることを見出し既に出願を行っている（特願平9-365326号）。ここで、ガラス基板を硫酸水素塩等の熔融塩に浸漬して処理するとガラス基板からのアルカリの溶出を高いレベルで抑制できる理由（メカニズム）は、ガラスの最表面層にある Si-O-Na の非架橋状態から、硫酸水素塩中に含まれる水分から生じるヒドロニウムイオンと Si-O-Na の Na^+ とがイオン交換し、シラノール基（ Si-O-H ）となり、その後加熱によってシラノール基が脱水されてガラス表面で Si-O-Si の架橋化がなされるためであると考えられる。本発明者らは、さらに研究を重ねた結果、硫酸水素塩（例えば KHSO_4 ）等の熔融塩で処理を続けていくと、水分が蒸発し、ピロ硫酸塩（例えば $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ ）の結晶が析出し、処理の効果が低下することを見出した（例えば、 $2\text{KHSO}_4 \rightarrow \text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7 + \text{H}_2\text{O} \uparrow$ の反応が起こり KHSO_4 が $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ になってしまう）。そして、処理液に水分を補うことで、処理の効果を持続しつつ長期間連続して均一に処理できることを見出し本発明を完成するに至った。また、これらの効果は、ガラスやセラミックの種類によらず、例えば結晶化ガラスについても効果があることも見出した。さらに、アルカリだけでなく、アルカリ土類、 Si 、 Pb など他の溶出成分についても溶出を抑えることができることを見出した。アルカリ土類、 Si 等の溶出抑制効果に関する具体的なデータを表1及び表2に示す。表1及び表2から、ピロ硫酸塩の熔融塩、及び硫酸水素塩の熔融塩による処理が効果的であることがわかる。なお、溶出試験は、ガラス基板を 80°C に加熱した超純水中に24時間浸漬し、溶出成分をイオンクロマトグラフィーで定量し、ガラス基板当たりのアルカリ金属イオンの溶出量（ $\mu\text{mol/Disk}$ ）求めた。

【0009】

【表1】

処 理 方 法	溶出試験結果 ($\mu\text{mol/Disk}$)	
	Si	Mg, Ca
K2S2O7処理なし	10	3.3
K2S2O7処理 (300℃、5分)	4.4	1.5
水蒸気2時間供給後 K2S2O7処理 (300℃、5分)	4.4	1.5
水蒸気4時間供給後 K2S2O7処理 (300℃、5分)	4.4	1.5

K2S2O7液相温度:210℃

【0010】

50 【表2】

(項種：高原子価イオン含有ガラス)

処 理 方 法	溶出試験結果 ($\mu\text{mol/Disk}$)	
	Si	Mg, Ca
KHSO ₄ 処理なし	10	3.3
KHSO ₄ 処理 (300℃、5分)	4.5	1.6
水蒸気2時間供給後 KHSO ₄ 処理 (300℃、5分)	4.5	1.6
水蒸気4時間供給後 KHSO ₄ 処理 (300℃、5分)	4.5	1.6

【0011】なお、ガラス成分のアルカリは情報記録媒体用ガラス基板だけでなく、光学ガラスやガラス食器のヤケの原因にもなるため、光学レンズ、プリズム、光学フィルター、光導波路、光モジュール、光学素子や光学部品、ディスプレイ用ガラス、太陽電池用基板ガラス、半導体用基板ガラス、イメージセンサ用基板ガラス、電子部品、転写マスク、ガラス食器等、耐侯性の良いガラス製品を得る上でも本願発明の硫酸水素塩等の溶融塩による処理は有効である。

【0012】なお、公表特許公報（特表平11-503403号）には、基板表面の脱アルカリを AlCl_3 の存在下に湿式で行うか、または $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ のような硫酸塩の昇華により行う技術が開示されている。しかしながら、 AlCl_3 を用いた場合は処理温度が100℃と低いため、実施例にもあるとおり処理時間が24時間と長くなる。一方、硫酸塩の昇華により脱アルカリを行う場合は硫酸塩を気体にしななければならないため、実施例のように450～580℃と高温を要する。それに対し本願発明は硫酸塩を、それ自身が溶解する温度で溶融塩として接触させることにより脱アルカリ処理をするため、比較的低い温度（実施例では250～300℃）で、かつ5分程度の短時間で処理が可能である。そのため、Tg温度が低いガラスなど、広いTg範囲のガラスを処理することができる、或いは低温処理のためガラス基板の変形を招くこともない、といったメリットを有する。具体的には本願発明はガラス基板のTgが400℃付近のものまで適用可能である。情報記録媒体用ガラス基板と磁気ヘッドの間隔は40～50nmなので、ガラス基板が変形するとクラッシュを起こしてしまうといった問題が生じるので、情報記録媒体用ガラス基板におけるガラスの変形は大きな問題となる。また、特表平11-503403号公報においては、500℃で化学強化処理したガラスを500℃で $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ により脱アルカリ処理しているが、化学強化処理と同じ温度で脱アルカリ処理すると応力の緩和が起こり、ガラス基板の強度が低下してしまい、情報記録媒体用ガラス基板の

強度低下を招く。それに対し、本願発明は化学強化処理よりも80～130℃低い温度で脱アルカリ処理しており、かつ、処理時間も5分と短いので、応力の緩和は殆ど起こらない。また、硫酸塩の昇華では気体になるため、密閉した状態で処理しなければならず、連続操作が難しいが、本願発明は液体のため密閉する必要がなく、連続操作が容易であり、かつ、脱アルカリの際に溶融塩の結晶化を抑制する処理を行うため、連続操作をしても、持続した脱アルカリの効果を得ることが可能である。

【0013】本発明は以下の構成としてある。

【0014】（構成1）情報記録媒体用のガラスを主成分とした基板を、少なくとも硫酸水素塩及び／又はピロ硫酸塩を含有する溶融塩に接触させて、ガラス成分の溶出を抑制する処理を行う際に、溶融塩の結晶化を抑制する処理を施すことを特徴とする情報記録媒体用基板の製造方法。

【0015】（構成2）前記溶融塩に接触させてガラス成分の溶出を抑制する処理、及び溶融塩の結晶化を抑制する処理を、ガラス基板の化学強化処理後に行い、前記溶融塩による処理を化学強化処理温度より少なくとも50℃低い温度で行うことを特徴とする構成1記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【0016】（構成3）前記溶融塩に接触させてガラス成分の溶出を抑制する処理を、該溶融塩の昇華温度未満で行うことを特徴とする構成1又は2記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【0017】（構成4）溶出を抑制するガラス成分が、アルカリイオンであることを特徴とする構成1乃至3のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【0018】（構成5）溶融塩の結晶化を抑制する処理が、溶融塩に水分を供給する処理であることを特徴とする構成1乃至4のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【0019】（構成6）溶融塩の結晶化を抑制する処理が、溶融塩から失われる水分を補う処理であることを特

徴とする構成 1 乃至 5 のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【0020】（構成 7）硫酸水素塩及び／又はピロ硫酸塩を含有する熔融塩が、さらに硫酸を加えてなる熔融塩であることを特徴とする構成 1 乃至 6 のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【0021】（構成 8）水分の供給方法又は水分を補う方法が、熔融塩中に水蒸気を導入する方法であることを特徴とする構成 5 又は 6 記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【0022】（構成 9）水分の供給方法又は水分を補う方法が、熔融塩を水蒸気雰囲気下に置く方法であることを特徴とする構成 5 又は 6 記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【0023】（構成 10）水分の供給方法又は水分を補う方法が、熔融塩に硫酸水素塩を添加する方法であることを特徴とする構成 5 又は 6 記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【0024】（構成 11）熔融塩の温度が、熔融温度又は液相温度～500℃であって、かつ熔融塩の昇華温度未満であることを特徴とする構成 1 乃至 10 のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【0025】（構成 12）構成 1 乃至 11 記載のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法によって、ガラス表面が、 Si-O-Na の非架橋状態から、 Si-O-Na の Na^+ がヒドロニウムイオンとイオン交換されて水和状態になり、その後、加熱脱水によってシラノール基が形成され、そのシラノール基が脱水されて、ガラス表面で Si-O-Si の架橋化がなされた状態にすることを特徴とする情報記録媒体用基板の製造方法。

【0026】（構成 13）構成 1 乃至 11 記載のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法によって、ガラス基板表面を、 Si-O-Na の非架橋状態から、 Si-O-Si の架橋化がなされた状態にすることを特徴とする情報記録媒体用基板の製造方法。

【0027】（構成 14）情報記録媒体用基板が、化学強化処理を施されたガラス基板であることを特徴とする構成 1 乃至 13 のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【0028】（構成 15）情報記録媒体用基板が、結晶化ガラス基板であることを特徴とする構成 1 乃至 13 のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【0029】（構成 16）情報記録媒体用基板が、磁気抵抗型ヘッドで再生される磁気ディスクに使用される基板であることを特徴とする構成 1 乃至 15 のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法。

【0030】（構成 17）構成 1 乃至 16 のいずれかに記載の情報記録媒体用基板の製造方法を用いて得られた情報記録媒体用基板上に、少なくとも記録層を形成したことを特徴とする情報記録媒体。

【0031】（構成 18）ガラスを主成分とした製品を、少なくとも硫酸水素塩及び／又はピロ硫酸塩を含有する熔融塩に接触させて、ガラス成分の溶出を抑制する処理を行う際に、熔融塩の結晶化を抑制する処理を施すことを特徴とするガラス製品の製造方法。

【0032】（構成 19）前記熔融塩に接触させてガラス成分の溶出を抑制する処理を、該熔融塩の昇華温度未満で行うことを特徴とする構成 18 に記載のガラス製品の製造方法。

10 【0033】

【作用】本発明では、情報記録媒体用基板を、硫酸水素塩等の熔融塩に浸漬して処理することで、アルカリの溶出を著しく抑えることができる。したがって、アルカリ金属イオンの表面への移動に起因するガラス表面の変質（ヤケ等）や異物の発生を著しく抑制できる。特に本発明では、処理液に水分を補うことで、水分が蒸発しピロ硫酸塩の結晶が析出して処理の効果が低下することがなく、処理の効果を持続しつつ長期間連続して均一に処理できる。また、アルカリ土類、 Si 、 Pb など他の溶出成分についても溶出を抑えることができる。この結果、耐水性や耐酸性等の向上を図ることができる。

20

【0034】また、本発明の情報記録媒体によれば、アルカリやその他の成分の溶出を著しく抑えたガラス基板を使用しているため、耐候性及び寿命に優れた高い信頼性を有する情報記録媒体を製造できる。

【0035】さらに、本発明のガラス製品及びその製造方法によれば、アルカリやその他の成分の溶出を著しく抑えた製品が得られるので、耐候性及び寿命に優れた高い信頼性を有するガラス製品が得られる。

30 【0036】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。

【0037】本発明の情報記録媒体用基板の製造方法においては、情報記録媒体用のガラスを主成分とした基板を、少なくとも硫酸水素塩及び／又はピロ硫酸塩を含有する熔融塩に接触させて、ガラス成分の溶出を抑制する処理を行う際に、熔融塩の結晶化を抑制する処理を施すことを特徴とする。

40

【0038】ここで、熔融塩の結晶化を抑制する処理としては、いかなる手段を採用してもよいが、例えば、熔融塩に水分を供給する方法（熔融塩にもとから含まれる水分量にかかわらず積極的に水分を供給する場合を含む）、又は、熔融塩から失われる水分を補う方法などが挙げられる。熔融塩の結晶化を抑制する処理としては、水分を供給又は補う方法以外の方法として、水分が蒸発するのを蒸気圧又は圧力で防止する方法、処理槽を密閉する方法などがある。なお、処理槽の周囲を密閉空間で覆い、この密閉空間を加湿して水分を供給するとともに熔融塩からの蒸発を抑える方法を採用する場合、処理槽の周囲を密閉するためには多くの費用がかかり、また、熔融塩から発生する SO_x を排気する必要があることか

50

ら、注意が必要である。

【0039】溶融塩の結晶化を抑制する処理は、基板と溶融塩を接触させる前、接触させている最中のどちらで行ってもよい。また、処理液を処理槽から外部に循環させて、外部で溶融塩の結晶化を抑制する処理を行い、処理槽には結晶化が阻止された処理液が流入するシステムを採用することもできる。

【0040】溶融塩に水分を供給する方法、又は、溶融塩から失われる水分を補う方法として、より具体的には、以下の方法が挙げられる。

【0041】第一に、溶融塩中に水蒸気を導入する方法が挙げられる。この場合、例えば、スチームの吹き出しノズルを溶融塩中に挿入し、ノズルから公知の方法で発生させたスチームをバブリングさせて、水分を供給又は補えばよい。より具体的には、例えば、図1に示すように、密閉容器1に入れた水2を例えば100℃前後に加熱し、密閉容器中の水にエアー供給管3から空気を供給し、湿った空気をスチーム管4を通して加熱して例えば280℃前後のスチームを発生させ、処理槽5内の溶融塩6中にスチーム管4の先端のノズルからスチームを供給し、水分を供給又は補えばよい。水蒸気の温度は、溶融塩の温度が下がり結晶化してしまうのを防ぐという観点からは、溶融塩の温度付近が好ましい。

【0042】第二に、溶融塩を水蒸気雰囲気下に置く方法が挙げられる。この場合、例えば、図2に示すように、溶融塩6の上部に配置したスチーム管4の先端のノズルから溶融塩6に向かってスチームを噴射し、水分を供給又は補えばよい。

【0043】第三に、溶融塩に硫酸水素塩や、硫酸水素塩の水和物などを添加して溶融塩の結晶化を阻止する方法が挙げられる。この場合は、溶融塩の容量が増加する。

【0044】その他の方法として、溶融塩に直接水を供給する方法があるが、この場合、高温の溶融塩中に水を入れると水蒸気爆発を起こすので、溶融塩の温度を一旦常温付近まで下げ、水を入れてゆっくりと反応させた後、処理温度まで再度昇温する必要がある。

【0045】本発明において、ピロ硫酸塩は、ピロ硫酸($H_2S_2O_7$)の塩で、二硫酸イオン(S_2O_7)とアルカリ金属、アルカリ土類金属、その他の金属、アンモニウム等との化合物である。2モルの硫酸水素塩から1モルの水が取れるとピロ硫酸塩となる。硫酸水素塩を融解させて溶融塩とすると、水を失ってピロ硫酸塩となる。この場合、水は蒸発するが、溶融塩中に僅かに残存する水がアルカリ溶出防止のメカニズムに関与する。

【0046】ピロ硫酸塩としては、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム、亜鉛、タリウム(I)、鉛(II)、鉄(II)、ウラニルなどの塩が挙げられる。安全性、環境保護、経済性及び取り扱い性等の観点からは、ピロ硫酸カリウム、ピロ硫酸ナトリウムなどが

好ましい。硫酸水素塩としては、アルカリ金属(Li、Na、K、Rb、Cs)、アルカリ土類金属(Mg、Ca、Sr、Ba)、アンモニウム、タリウム、鉛、バナジウム、ビスマス、ロジウムなどの塩が挙げられる。安全性等の観点からは、硫酸水素カリウム、硫酸水素ナトリウムなどが好ましい。

【0047】硫酸水素塩及び／又はピロ硫酸塩は、それぞれ一種単独を用いることができ、硫酸水素塩とピロ硫酸塩とを混合して用いることもできる。また、硫酸水素塩及び／又はピロ硫酸塩は、それぞれ二種以上の異なる塩を混合して用いることができる。この場合、混合割合は適宜調整できる。さらに、本発明の効果を損なわない範囲で他の成分を溶融塩に添加することもできる。

【0048】ピロ硫酸塩は硫酸塩に硫酸を加えることによっても得られるので、硫酸塩に硫酸を加えてピロ硫酸塩を作っても良い。硫酸水素塩等の塩で処理を長期的に行うと、ガラスから取り除かれたアルカリにより硫酸塩の結晶が溶融塩中に析出するが、硫酸塩の結晶は硫酸を加えることにより硫酸水素塩及び／又はピロ硫酸塩に戻すことができる。硫酸は硫酸水素塩等による溶融塩処理に支障をきたさないもので、硫酸塩の結晶が析出する前に、溶融塩中に加えて処理を行っても良い。

【0049】溶融塩に「接触」させるとは、情報記録媒体用基板を溶融塩に浸漬する場合の他、情報記録媒体用基板の一方の面だけを溶融塩と接触させる場合も含む。

【0050】溶融塩の温度は、塩の溶融温度又は液相温度以上であれば良く、また、塩の昇華温度未満であればよい。アルカリの溶出を抑制する効果の点では、温度にそれほど依存しないが、250～300℃以上とすると、アルカリの溶出がゼロになるかあるいはゼロに近くなるので好ましい。一方、ガラス表面の青ヤケによって表面硬度などが低下し、記録層を形成して情報記録媒体としたときの長期的な信頼性において問題となるため、350℃～500℃以下とすることが好ましい。500℃を上限としたのは、500℃を超えると溶融塩の分解が起こり易いからである。なお、イオン交換によって化学強化されたガラスの化学強化層が消失し強度が低下することを考慮すると、化学強化ガラスの場合は、300℃～350℃以下とすることが好ましい。以上のような観点から、溶融塩の温度は、溶融温度又は液相温度～500℃でかつ溶融塩の昇華温度未満(より好ましくは溶融温度又は液相温度～350℃)であることが好ましく、化学強化していないガラスについては250℃～350℃(さらに好ましくは270℃～350℃)であることがより好ましく、化学強化したガラスについては250℃～300℃(さらに好ましくは270℃～300℃)であることがより好ましい。なお、ピロ硫酸カリの融点は325℃(文献値)であるが一般にはその一部が水分を吸収して硫酸水素塩となるため210～300℃でも溶融状態にある。このように実際の溶融温度は融点

とは異なることがある。硫酸水素カリウムの融点は210℃である。硫酸水素ナトリウムの融点は185.7℃である。

【0051】溶融塩による処理時間は、アルカリの溶出を抑制する効果の点では、処理時間にそれほど依存しない。例えば、5分程度以上であれば処理時間を長くしてもアルカリの溶出を抑制する効果に大きな差異がない。このようなことから、溶融塩による処理時間は、1～30分程度が好ましく、処理効率や生産性等を考慮すると5～10分程度がより好ましい。

【0052】なお、硫酸水素塩等の溶融塩による処理は、情報記録媒体用基板に損傷を与えることがない。また、ピロ硫酸塩等の溶融塩による処理によれば、鉄粉等のコンタミを除去する効果があり、化学強化処理に伴う析出溶融塩を除去する効果もある。

【0053】本発明において、ガラスを主成分とする基板（ガラスを主成分とする製品）とは、ガラス、アモルファスガラス、ガラスセラミック、結晶化ガラス、ガラスとセラミックとの複合材料等からなるものを指す。ガラス基板としては、 SiO_2 を骨格とするガラスが一般的であり、アルカリイオンを含有するものと、アルカリイオンを含有しないものがある。結晶化ガラスは、情報記録媒体用基板として用いる場合はアルカリイオンを含有したものが多いが、結晶化ガラスには、アルカリイオンを含有しないものもある。情報記録媒体用基板のサイズ、厚さ、形状等は特に制限されない。

【0054】アルカリイオンを含有したガラス基板としては、例えば、アルミノシリケートガラス、高原子価金属イオン（例えば、Ti、Yなど）含有シリケートガラス（高ヤング率ガラス）、ソーダライムガラス、ソーダアルミノシリケートガラス、アルミノボロシリケートガラス、ボロシリケートガラス、チェーンシリケートガラスなどが挙げられる。なお、アルミノシリケートガラス等は耐衝撃性や耐振動性を向上させるために化学強化することが好ましい。ただし、化学強化を必要としないアルカリイオンを含有したガラス基板の場合、化学強化は不要である。

【0055】アルミノシリケートガラスとしては、 SiO_2 :62～75重量%、 Al_2O_3 :5～15重量%、 Li_2O :4～10重量%、 Na_2O :4～12重量%、 ZrO_2 :5.5～15重量%を主成分として含有するとともに、 $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ の重量比が0.5～2.0、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ の重量比が0.4～2.5である化学強化用ガラス、あるいは、 SiO_2 :62～75重量%、 Al_2O_3 :5～15重量%、 B_2O_3 :0.5～5重量%、 Li_2O :4～10重量%、 Na_2O :4～12重量%、 MgO :0.5～5重量%、 CaO :0.5～5重量%、 Sb_2O_3 :0.01～1.0重量%を主成分として含有する化学強化用ガラス等が好ましい。また、 ZrO_2 の未溶解物が原因で生じるガラス基板表面

の突起をなくすためには、モル%表示で、 SiO_2 を57～74%、 ZrO_2 を0～2.8%、 Al_2O_3 を3～15%、 Li_2O を7～16%、 Na_2O を4～14%含有する化学強化用ガラス等を使用することが好ましい。このような組成のアルミノシリケートガラスは、化学強化することによって、圧縮応力、引張応力、圧縮応力層の深さの三者をバランス良く制御できるとともに、抗折強度や、耐熱性に優れ、高温環境下であってもNa等の析出が少ないとともに平坦性を維持し、ヌーブ硬度にも優れる。

【0056】結晶化ガラス基板としては、主結晶相として二珪酸リチウム($\text{Li}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$)及びαクォーツ(SiO_2)を有する結晶化ガラスや、主結晶相としてカリウム・フロロリヒタライト($\text{KNaCaMgSi}_3\text{O}_{12}\text{F}_2$)及びカリウム・カサナイト($\text{KNaCaSi}_3\text{O}_{12}\text{F}_4$)を有するガラス等がある。具体的な組成としては、前者の場合、 SiO_2 :60～86重量%、 Li_2O :8～18重量%、 K_2O :0～10重量%、 MgO :0～8重量%、 ZnO :0～10重量%、 Sb_2O_3 :0～2重量%、 P_2O_5 :0.1～10重量%、後者の場合、 SiO_2 :50～75重量%、 CaO :4～15重量%、 MgO :5～30重量%、 F :3～8重量%、 Na_2O :2～9重量%、 Li_2O :0～3重量%、 BaO :0～2重量%、 Al_2O_3 :0～10重量%等が挙げられる。

【0057】本発明では、必要に応じ、加熱した化学強化処理液にガラス基板を浸漬し、ガラス基板表面のイオンを化学強化処理液中のイオンでイオン交換して化学強化したガラス基板について、上述した溶融塩による処理を施すことができる。なお、化学強化処理を施したガラス基板を上記溶融塩で処理する際は、化学強化処理温度より少なくとも50℃、好ましくは60℃、更に好ましくは80℃低い温度で処理することが好ましい。

【0058】ここで、イオン交換法としては、低温型イオン交換法、高温型イオン交換法、表面結晶化法などが知られているが、高強度が得られやすいこと、変形がないこと等の観点から、低温型イオン交換法を用いることが好ましい。低温型イオン交換法は、ガラスの転移温度(T_g)以下の温度域で、ガラス中のアルカリイオンを、それよりもイオン半径の大きいアルカリイオンと置換し、イオン交換部の容積増加によってガラス表面に強い圧縮応力を発生させてガラス表面を強化する方法である。

【0059】化学強化処理液としては、硝酸カリウム(KNO_3)、硝酸ナトリウム(NaNO_3)、炭酸カリウム(K_2CO_3)などの溶融塩や、これらの塩を混合したもの（例えば、 $\text{KNO}_3 + \text{NaNO}_3$ 、 $\text{KNO}_3 + \text{K}_2\text{CO}_3$ など）の溶融塩、あるいは、これらの塩にCu、Ag、Rb、Csなどのイオンの塩を混合したものの溶融塩等が挙げられる。

【0060】加熱温度は、ガラス転移点の観点から、350℃～650℃、特に350℃～500℃、さらには350℃～450℃であることが好ましい。浸漬時間は、抗折強度と圧縮応力層の観点から、1時間～20時間程度とすることが好ましい。ガラス基板表層に形成する圧縮応力層の厚さは、耐衝撃性や耐振動性を高めるという観点から、60～300μm程度とすることが好ましい。

【0061】本発明では、ガラス基板を溶融塩（硫酸水素塩等の溶融塩、又は化学強化処理液）で処理する前に、ガラス基板の割れやひびを防止するため、ガラス基板を200～350℃に予熱しておくことが好ましい。

【0062】硫酸水素塩等の溶融塩又は化学強化処理液による処理では、ガラス基板を端面で保持して処理を行うことが好ましい。これは、ガラス基板の表面の一部で保持するとその部分が処理されなくなるのを回避するためである。

【0063】本発明では、硫酸水素塩等の溶融塩及び／又は化学強化処理液による処理の後、溶融塩からガラス基板を引き上げ、熱歪みの発生を抑えることができるように所定温度まで徐冷することが好ましい。このように徐冷することにより、熱歪みによるダメージを回避できる。ガラス基板を徐冷する速度は、2℃/分～100℃/分、特に5℃/分～60℃/分、さらには10℃/分～50℃/分であることが好ましい。

【0064】本発明では、上記徐冷の後、例えば、ガラス基板表面に析出する溶融塩の結晶化を阻止する速度でガラス基板を急冷することが好ましい。このように、ガラス基板を急冷すると、析出する溶融塩が脆弱となり、硫酸水素塩等の溶融塩による処理工程や洗浄工程において溶融塩の除去が容易となる。

【0065】ガラス基板を急冷する速度は、1600℃/分～200℃/分、特に1200℃/分～300℃/分、さらには800℃/分～400℃/分であることが好ましい。ガラス基板の急冷は、ヒートショックの観点から、好ましくは100℃～0℃、さらに好ましくは40℃～10℃の冷媒に接触させて行うことが好ましい。ガラス基板を冷媒に接触させる時間は、析出溶融塩の洗浄性の観点から、10分～60分程度であることが好ましい。冷媒としては、水、温水、溶液などの液体冷媒、窒素ガス、水蒸気、冷却空気などの気体冷媒のほか、エアの吹き付けなどが挙げられる。

【0066】本発明では、必要に応じ、化学強化処理を施したガラス基板、又は化学強化処理を施さないガラス基板の表面を、硫酸水素塩等の溶融塩で処理することができる。なお、化学強化処理を施したガラス基板を上記溶融塩で処理する際は、化学強化処理温度より少なくとも50℃、好ましくは60℃、更に好ましくは80℃低い温度で処理することが好ましい。

【0067】本発明では、製造工程中の任意の工程の後

に、必要に応じ、市販の洗浄剤（中性洗浄剤、界面活性剤、アルカリ性洗浄剤など）による洗浄、スクラブ洗浄、純水洗浄、溶剤洗浄、溶剤蒸気乾燥、遠心分離乾燥等の公知の洗浄処理を行うことができる。また、各洗浄では、加熱や超音波印加を行ってもよい。

【0068】超音波は、ある周波数範囲で発振する多周波数型のもの、あるいは、一定の周波数で発振する固定周波数型のもののいずれであってもよい。周波数は低いほど洗浄効果は高いが、ガラス基板に与えるダメージも大きくなるので、これらのことを考慮して決定する。

【0069】蒸気乾燥は、乾燥速度が速いので乾燥によるシミが発生しにくい。蒸気乾燥に用いる溶剤としては、イソプロピルアルコール、フロン、アセトン、メタノール、エタノールなどが挙げられる。

【0070】上記本発明の情報記録媒体用基板の製造方法は、磁気ディスク用のガラス基板、光磁気ディスク用のガラス基板や、光メモリディスクなどの電子光学用ディスク基板の製造方法としても使用できる。特に、本発明の情報記録媒体用基板は、磁気抵抗型ヘッドで再生される磁気ディスクに使用されるガラス基板として好適に使用できる。詳しくは、従来に比べはるかに表面状態の良いガラス基板を使用することによって、磁気抵抗型ヘッドや大型磁気抵抗型ヘッド用の磁気ディスクとした場合にアルカリの溶出やヤケ等による異物に起因するベッドクラッシュを起こすことがなく、また、磁性層等の膜にアルカリの溶出やヤケ等に起因する欠陥が発生しエラーの原因となるということもない。

【0071】さらに、本発明の処理方法は、ガラスやセラミックスの構成成分（アルカリ金属、アルカリ土類金属、珪素、鉛など）の溶出を防ぐ必要がある分野の用途に広く使用できる。

【0072】次に、本発明の情報記録媒体について説明する。本発明の情報記録媒体は、上述した本発明方法を用いて得られた情報記録媒体用基板上に、少なくとも記録層を形成したことを特徴とする。ここで、記録層やその他の層としては公知のものを使用できる。

【0073】本発明の情報記録媒体では、アルカリイオン等の溶出を著しく抑制した情報記録媒体用基板を使用しているので、耐候性及び寿命に優れた高い信頼性を有する情報記録媒体が得られる。

【0074】以下、情報記録媒体の一例として磁気記録媒体について説明する。磁気記録媒体は、通常、磁気ディスク用基板上に、下地層、磁性層、凹凸形成層、保護層、潤滑層等を必要に応じ順次積層して製造する。

【0075】磁気記録媒体における下地層は、磁性層に応じて適宜選択される。下地層（シード層を含む）としては、例えば、Cr、Mo、Ta、Ti、W、V、B、Al、Niなどの非磁性金属から選ばれる少なくとも一種以上の材料からなる下地層等が挙げられる。Coを主成分とする磁性層の場合には、磁気特性向上等の観点か

10

20

30

40

50

ら、Cr単体やCr合金であることが好ましい。また、下地層は単層とは限らず、同一又は異種の層を積層した複数層構造とすることもできる。例えば、Cr/Cr、Cr/CrMo、Cr/CrV、CrV/CrV、Al/Cr/CrMo、Al/Cr/Cr、NiAl/Cr、NiAl/CrMo、NiAl/CrV等の多層下地層等が挙げられる。

【0076】磁性層の材料は特に制限されない。

【0077】磁性層としては、具体的には、例えば、Coを主成分とするCoPt、CoCr、CoNi、CoNiCr、CoCrTa、CoPtCr、CoNiPt、CoNiCrPt、CoNiCrTa、CoCrPtTa、CoCrPtSiOなどの磁性薄膜が挙げられる。また、磁性層を非磁性膜（例えば、Cr、CrMo、CrVなど）で分割してノイズの低減を図った多層構成（例えば、CoPtCr/CrMo/CoPtCr、CoCrTaPt/CrMo/CoCrTaPtなど）としもよい。

【0078】磁気抵抗型ヘッド（MRヘッド）又は大型磁気抵抗型ヘッド（GMRヘッド）対応の磁性層としては、Co系合金に、Y、Si、希土類元素、Hf、Ge、Sn、Znから選択される不純物元素、又はこれらの不純物元素の酸化物を含有させたものなども含まれる。

【0079】また、磁性層としては、上記の他、フェライト系、鉄-希土類系や、SiO₂、BNなどからなる非磁性膜中にFe、Co、FeCo、CoNiPt等の磁性粒子が分散された構造のグラニューラーなどであってもよい。また、磁性層は、内面型、垂直型のいずれの記録形式であってもよい。

【0080】凹凸形成層は、媒体表面の凹凸を制御する目的で設けられる。凹凸形成層の形成方法や材料等は特に制限されない。また、凹凸形成層の形成位置も特に制限されない。

【0081】この凹凸形成層は、非接触型記録方式磁気ディスク装置用の磁気記録媒体の場合、媒体表面に凹凸形成層の凹凸に起因した凹凸を形成し、この媒体表面の凹凸によって、磁気ヘッドと磁気記録媒体との吸着を防止し、CSS耐久性を向上させる目的で形成される。

【0082】なお、接触型記録方式磁気ディスク装置用の磁気記録媒体の場合には、磁気ヘッドや磁気記録媒体の損傷を避けるため媒体表面はできるだけ平坦であることが好ましいので、凹凸形成層を設ける必要はない。

【0083】凹凸形成層の表面粗さは、Ra=10～500オングストロームであることが好ましい。より好ましい範囲は、Ra=10～300オングストロームである。

【0084】Raが100オングストローム未満の場合、磁気記録媒体表面が平坦に近い場合、磁気ヘッドと磁気記録媒体とが吸着し、磁気ヘッドや磁気記録媒体が傷ついてしまったり、吸着によるヘッドクラッシュを起こし

致命的な損傷を受けるので好ましくない。また、Raが500オングストロームを超える場合、グライドハイトが大きくなり記録密度の低下を招くので好ましくない。

【0085】凹凸形成層の材質及び形成方法は多種知られており、特に制限されない。凹凸形成層の材質としては、Al、Ti、Cr、Ag、Nb、Ta、Bi、Si、Zr、Cu、Ce、Au、Sn、Pd、Sb、Ge、Mg、In、W、Pb等の金属やそれらの合金、又はそれら金属や合金の酸化物、窒化物、炭化物を使用することができる。形成が容易である等の観点からは、Al単体やAl合金、酸化Al（Al₂O₃など）、窒化Al（AlNなど）といったAlを主成分とする金属であることが望ましい。

【0086】凹凸形成層は、連続したテクスチャー膜としてもよく、離散的に分布した島状突起で構成してもよい。この島状突起の高さは、100～500オングストロームであることが好ましく、100～300オングストロームであることがより好ましい。

【0087】上述した凹凸形成層の表面粗さ及び凹凸（突起）の高さは、凹凸形成層の材質及びその組成、熱処理条件等によって制御できる。

【0088】他の凹凸形成方法としては、機械的研磨によるテクスチャー加工、化学的エッチングによるテクスチャー加工、エネルギービーム照射によるテクスチャー加工などが挙げられ、それらの方法を組み合わせることもできる。

【0089】保護層としては、例えば、Cr膜、Cr合金膜、カーボン膜、水素化カーボン膜、ジルコニア膜、シリカ膜等が挙げられる。これらの保護膜は、下地層、磁性層等とともにインライン型又は静置対向型スパッタリング装置で連続して形成できる。また、これらの保護膜は、単層であってもよく、あるいは、同一又は異種の膜からなる多層構成としてもよい。

【0090】上記保護層上に、あるいは上記保護層に替えて、他の保護層を形成してもよい。例えば、上記保護層の代わりに、テトラアルコキシランをアルコール系の溶媒で希釈した中に、コロイダルシリカ微粒子を分散して塗布し、さらに焼成して酸化ケイ素（SiO₂）膜を形成してもよい。この場合、保護層と凹凸形成層の両方の機能を果たす。

【0091】潤滑層としては多種多様な提案がなされているが、一般的には、パーフルオロポリエーテル（PFPE）等からなる液体潤滑剤を、媒体表面にディッピング法（浸漬法）、スピンコート法、スプレイ法等によって塗布し、必要に応じ加熱処理を行って形成する。

【0092】

【実施例】以下、実施例にもとづき本発明をさらに具体的に説明する。

【0093】実施例1

【0094】（1）ガラス基板の準備

高原子価金属イオン含有シリケートガラス（高ヤング率ガラス）（ $T_g: 600^\circ\text{C}$ ）からなる中央部に円孔を有する円盤状のガラス基板（外径2.5インチ、内径0.8インチ、厚さ0.25インチ）を用意した。なお、高原子価金属イオン含有シリケートガラスとしては、モル％表示で、 SiO_2 を43％、 Al_2O_3 を5％、 Li_2O を8％、 Na_2O を2％、 MgO を6％、 CaO を19％、 TiO_2 を15％、 ZrO_2 を2％含有するガラスを使用した。

【0095】（2）化学強化工程

次に、上記ガラス基板を洗浄後、化学強化を施した。化学強化は、硝酸カリウム（60％）と硝酸ナトリウム（40％）を混合した化学強化処理液を用意し、この化学強化処理液を 480°C に加熱し、 300°C に予熱された洗浄済みのガラス基板を約4時間浸漬して行った。この浸漬の際に、ガラス基板の表面全体が化学強化されるようにするため、複数のガラス基板が端面で保持されるようにホルダーに収納した状態で行った。

【0096】このように、化学強化処理液に浸漬処理することによって、ガラス基板表層のリチウムイオン、ナトリウムイオンは、化学強化処理液中のナトリウムイオン、カリウムイオンにそれぞれ置換されガラス基板は強化される。ガラス基板の表層に形成された圧縮応力層の厚さは、約 $100\sim 200\mu\text{m}$ であった。

【0097】（3）冷却、酸処理、洗浄工程

上記化学強化を終えたガラス基板を、第一、第二徐冷室で順次徐冷する。まず、化学強化処理液からガラス基板を引き上げ、 300°C に加熱されている第一徐冷室に移し、この中で約10分間保持して 300°C にガラス基*

（項種：高原子価イオン含有ガラス）

* 板を徐冷する。ついで、第一徐冷室から 200°C に加熱されている第二徐冷室にガラス基板を移送し、 300°C から 200°C までガラス基板を徐冷する。このように二段階に分けて徐冷することにより、熱歪みによるダメージからガラス基板を開放できる。次に、上記徐冷を終えたガラス基板を、 20°C の水槽に浸漬して急冷し約20分間維持した。上記冷却工程を終えたガラス基板を、中性洗剤、中性洗剤、純水、純水、IPA（イソプロピルアルコール）、IPA（蒸気乾燥）の各洗浄槽に順次浸漬して洗浄した。なお、各洗浄槽には超音波（周波数 40kHz ）を印加した。

【0098】（4）熔融塩による処理工程

特級試薬のピロ硫酸カリウムの熔融塩を用い、これにガラス基板を浸漬し、処理を行った。この際、表3に示すように、熔融塩に水蒸気（空気： $2000\text{cm}^3/\text{min}$ 、スチーム： $1\text{g}/\text{min}$ （水の減少量/時間から算出した）、水蒸気温度： 280°C ）を2時間又は4時間供給した後、処理を行った（試料1、2）。なお、比較のため、熔融塩に水蒸気を供給しない場合（比較試料2）、及び、ピロ硫酸カリウムの熔融塩による処理を行わない場合（比較試料1）についても試料を準備した。熔融塩の温度は 300°C とし、浸漬時間は5分間とした。

【0099】上記処理後のガラス基板を洗浄処理した後、溶出試験及び環境試験を実施した。その結果を表3に示す。表3から、ピロ硫酸カリウムの熔融塩による処理が効果的であることがわかる。

【0100】

【表3】

	処 理 方 法	抽出試験結果	環境試験結果	表面観察結果
		Li, Na, Kの合計抽出量 ($\mu\text{mol}/\text{Disk}$)		
比較試料1	K2S2O7処理なし	8.7	5 μmol 以上のヤケが多数	○
比較試料2	K2S2O7処理（ 300°C 、5分）	0.2	5 μmol 以上のヤケなし	○
試料1	水蒸気2時間供給後 K2S2O7処理（ 300°C 、5分）	0.2	5 μmol 以上のヤケなし	○
試料2	水蒸気4時間供給後 K2S2O7処理（ 300°C 、5分）	0.2	5 μmol 以上のヤケなし	○

K2S2O7液相温度： 210°C

【0101】なお、溶出試験は、ガラス基板を 80°C に加熱した超純水中に24時間浸漬し、溶出成分をイオンクロマトグラフィーで定量し、ガラス基板当たりのアルカリ金属イオンの溶出量（ $\mu\text{mol}/\text{Disk}$ ）求めた。環境試験は、温度 80°C 、相対湿度80％の高温多湿環境下にガラス基板を1週間放置し、ガラス表面を顕微鏡観察して、アルカリの溶出によるアルカリの塩化物等の析出を観測し、評価した。

【0102】実施例2

ガラス基板として、主結晶相として二珪酸リチウム（ $\text{Li}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$ ）及び α クォーツ（ SiO_2 ）を有する結晶化ガラス（ SiO_2 ：76.0重量％、 Li_2O ：9.7重量％、 Na_2O ：1.0重量％、 K_2O ：3.5重量％、 MgO ：1.5重量％、 Al_2O_3 ：3.5重量％、 P_2O_5 ：3.0重量％、 TiO_2 ：1.5重量％、 As_2O_3 ：0.3重量％を含有するガラス）を、約4.

0℃/分の昇温速度で加熱しこの形成温度で1.5時間保持した後、約2.0℃/分の昇温速度で加熱して815℃で2.5時間保持したものを準備した。このガラス基板について、洗浄処理を行った後、ピロ硫酸カリウムの熔融塩で処理して、実施例1と同様にして、溶出試験＊
(例種：結晶化ガラス)

＊及び環境試験を実施した。また、比較のためピロ硫酸カリウムによる処理を行わない試料についても同様にテストした。それらの結果を表4に示す。
【0103】
【表4】

	処 理 方 法	溶出試験結果	環境試験結果	表面観察結果
		Li, Na, Kの合計溶出量 ($\mu\text{mol/Disk}$)		
比較試料3	K2S2O7処理なし	4.8	5 μm 程度のヤケが密集	○
比較試料4	水蒸気導入なし K2S2O7処理 (250℃、5分)	0.1	5 μm 程度のヤケなし	○
試料3	水蒸気2時間供給後 K2S2O7処理 (250℃、5分)	0.1	5 μm 程度のヤケなし	○
試料4	水蒸気4時間供給後 K2S2O7処理 (250℃、5分)	0.1	5 μm 程度のヤケなし	○

K2S2O7液相温度:210℃

【0104】表4から、アルカリを含有したセラミックスについてもピロ硫酸カリウムの熔融塩による処理が効果的であることがわかる。

【0105】実施例3

ガラス基板として、主結晶相としてカリウム・フロロリヒテライト及びカリウム・カナサイトを有する結晶化ガラス(SiO₂:56.5重量%、MgO:11.8重量%、CaO:14.1重量%、Na₂O:5.4重量%、K₂O:8.7重量%、F:5.5重量%を含有するガラス)を、約4.0℃/分の昇温速度で加熱しこの＊
(例種：結晶化ガラス)

20×形成温度で1.5時間保持した後、約2.0℃/分の昇温速度で加熱して840℃で2.5時間保持したものを準備した。このガラス基板について、洗浄処理を行った後、ピロ硫酸カリウムの熔融塩で処理して、実施例1と同様にして、溶出試験及び環境試験を実施した。また、比較のためピロ硫酸カリウムによる処理を行わない試料についても同様にテストした。それらの結果を表5に示す。

【0106】

【表5】

	処 理 方 法	溶出試験結果	環境試験結果	表面観察結果
		Li, Na, Kの合計溶出量 ($\mu\text{mol/Disk}$)		
比較試料5	K2S2O7処理なし	1.7	5 μm 程度のヤケが密集	○
比較試料6	水蒸気導入なし K2S2O7処理 (250℃、5分)	0.1	5 μm 程度のヤケなし	○
試料5	水蒸気2時間供給後 K2S2O7処理 (250℃、5分)	0.1	5 μm 程度のヤケなし	○
試料6	水蒸気4時間供給後 K2S2O7処理 (250℃、5分)	0.1	5 μm 程度のヤケなし	○

K2S2O7液相温度:210℃

【0107】実施例4

320℃でK₂S₂O₇110kgの熔融塩について、チームの導入時間と結晶析出時間との関係を調べた。そ

の結果を表6に示す。

【0108】

【表6】

条 件	結 晶 析 出	備 考
水蒸気導入なし	120時間後	
水蒸気導入3時間	220時間後	Air:2000cm ³ /min,Steam:1g/min
水蒸気導入(継続)	析出せず	Air:2000cm ³ /min,Steam:1g/min

【0109】水蒸気を導入しない場合120時間で結晶が析出したが、水蒸気を3時間導入した場合220時間で結晶が析出し、水蒸気を継続して導入した場合結晶は析出しなかった。

* 水分を補う方法の違いによる相違を調べた。その結果を表7に示す。

10 【0111】
【表7】

【0110】実施例5

*

条 件	結 晶 析 出	備 考
KHSO ₄ 添加	72時間後	KHSO ₄ 440g 添加
水蒸気導入3時間	100時間後	Air:2000cm ³ /min,Steam:1g/min

【0112】結晶が析出した時点で水分を添加し、次に結晶が析出するまでの時間は、硫酸水素カリウム添加の場合72時間後であり、水蒸気を3時間導入した場合100時間後であった。なお、いずれの場合も水分添加により結晶はすぐに消失した。

20 ※ 酸ナトリウムの熔融塩、硫酸水素カリウムの熔融塩、又は硫酸水素ナトリウムの熔融塩を用いたこと以外は実施例1と同様にして、溶出試験及び環境試験を実施した。その結果を表8に示す。

【0114】
【表8】

【0113】実施例6

ピロ硫酸カリウムの熔融塩の代わりに特級試薬のピロ硫※

(※ 種類：高純度(99.99%)含有したアルミノシリケートガラス)

	処 理 方 法	溶出試験結果	環境試験結果	表面観察結果
		Li,Na,Kの合計溶出量 (μmol/Disk)		
試料7	水蒸気2時間供給後 Na ₂ S ₂ O ₇ 処理(300℃、5分)	0.2	5μm径以上ヤケなし	○
試料8	水蒸気4時間供給後 Na ₂ S ₂ O ₇ 処理(300℃、5分)	0.2	5μm径以上ヤケなし	○
試料9	水蒸気2時間供給後 KHSO ₄ 処理 (300℃、5分)	0.2	5μm径以上ヤケなし	○
試料10	水蒸気4時間供給後 KHSO ₄ 処理 (300℃、5分)	0.2	5μm径以上ヤケなし	○
試料11	水蒸気2時間供給後 NaHSO ₄ 処理(300℃、5分)	0.2	5μm径以上ヤケなし	○
試料12	水蒸気4時間供給後 NaHSO ₄ 処理(300℃、5分)	0.2	5μm径以上ヤケなし	○

Na₂S₂O₇液相温度:190℃、KHSO₄液相温度:210℃、NaHSO₄液相温度:190℃

【0115】実施例7

特級試薬のピロ硫酸カリウムと特級試薬のピロ硫酸ナトリウムとを混合した熔融塩を用いたこと、又は特級試薬の硫酸水素カリウムと特級試薬の硫酸水素ナトリウムとを混合した熔融塩を用いたこと以外は実施例1と同様に

して、溶出試験及び環境試験を実施した。その結果を表9に示す。

【0116】
【表9】

(明細：高原子価イオン含有ガラス)

	処 理 方 法	溶出試験結果	環境試験結果	表面観察 結果
		Li, Na, Kの合計溶出量 ($\mu\text{mol/Disk}$)		
試料13	水蒸気2時間供給後 Na ₂ S ₂ O ₇ ・K ₂ S ₂ O ₇ (300℃, 5分)	1.1	5 μm 程度のヤケなし	○
試料14	水蒸気4時間供給後 Na ₂ S ₂ O ₇ ・K ₂ S ₂ O ₇ (300℃, 5分)	1.2	5 μm 程度のヤケなし	○
試料15	水蒸気2時間供給後 NaHSO ₄ ・KHSO ₄ 処理 (300℃, 5分)	1.1	5 μm 程度のヤケなし	○
試料16	水蒸気4時間供給後 NaHSO ₄ ・KHSO ₄ 処理 (300℃, 5分)	1.2	5 μm 程度のヤケなし	○

Na₂S₂O₇・K₂S₂O₇=50wt%:50wt%、NaHSO₄・KHSO₄=50wt%:50wt%Na₂S₂O₇・K₂S₂O₇液相温度:150℃、NaHSO₄・KHSO₄液相温度:150℃

【0117】実施例8

*10に示す。

ピロ硫酸カリウムに硫酸を重量比で1:1になるように 【0118】

加えてなる熔融塩を用いたこと以外は実施例1と同様に 20 【表10】

して、溶出試験及び環境試験を実施した。その結果を表*

(明細：高原子価イオン含有ガラス)

	処 理 方 法	溶出試験結果	環境試験結果	表面観察 結果
		Li, Na, Kの合計溶出量 ($\mu\text{mol/Disk}$)		
試料17	水蒸気2時間供給後 K ₂ S ₂ O ₇ ・硫酸 処理 (300℃, 5分)	0.2	5 μm 程度のヤケなし	○
試料18	水蒸気4時間供給後 K ₂ S ₂ O ₇ ・硫酸 処理 (300℃, 5分)	0.2	5 μm 程度のヤケなし	○

K₂S₂O₇・硫酸=50wt%:50wt%

【0119】実施例9～11

高原子価金属イオン含有ガラスの代わりに、アルミノシリケートガラス（組成：モル%表示で、SiO₂を57～74%、ZrO₂を0～2.8%、Al₂O₃を3～15%、Li₂Oを7～16%、Na₂Oを4～14%主成分として含有、T_g:500℃、化学強化処理:400℃、3時間）（実施例9）、ソーダライムガラス（実施例10）、ソーダアルミノシリケートガラス（実施例11）

1)、重金属イオンを含有するボロシリケートガラスを用いたこと以外は実施例1と同様にして、溶出試験及び環境試験を実施した。その結果、実施例1と同様の効果が認められた。なお、実施例9（アルミノシリケートガラス）の結果を表11に示す。

【0120】

【表11】

(硝種：アルミノシリケートガラス)

	処 理 方 法	抽出試験結果	環境試験結果	表面観察 結果
		Li, Na, Kの合計抽出量 ($\mu\text{mol/Disk}$)		
比較試料7	K2S2O7処理なし	2.0	5 μm 程度のヤケが密集	○
比較試料8	水蒸気導入なし K2S2O7処理 (250°C, 5分)	0.1	5 μm 程度のヤケなし	○
比較試料9	水蒸気導入なし K2S2O7処理 (300°C, 5分)	0.0	5 μm 程度のヤケなし	○
試料19	水蒸気2時間供給後 K2S2O7処理 (250°C, 5分)	0.1	5 μm 程度のヤケなし	○
試料20	水蒸気4時間供給後 K2S2O7処理 (250°C, 5分)	0.1	5 μm 程度のヤケなし	○
試料21	水蒸気2時間供給後 K2S2O7処理 (300°C, 5分)	0.0	5 μm 程度のヤケなし	○
試料22	水蒸気4時間供給後 K2S2O7処理 (300°C, 5分)	0.0	5 μm 程度のヤケなし	○

K2S2O7液相温度:210°C

【0121】なお、上記実施例1～11中、化学強化処理した基板を熔融塩にて処理した実施例1、6、7、8、9の熔融塩処理後の基板には応力緩和は殆ど認められなかった。

【0122】実施例12

実施例1～11で得られた磁気ディスク用ガラス基板の両面に、Al（膜厚50オングストローム）/Cr（1000オングストローム）/CrMo（100オングストローム）からなる下地層、CoPtCr（120オングストローム）/CrMo（50オングストローム）/CoPtCr（120オングストローム）からなる磁性層、Cr（50オングストローム）保護層をインライン型スパッタ装置で形成した。

【0123】上記基板を、シリカ微粒子（粒径100オングストローム）を分散した有機ケイ素化合物溶液（水とIPAとテトラエトキシシランとの混合液）に浸し、焼成することによってSiO₂からなる保護層を形成し、さらに、この保護層上をパーフロロポリエーテルからなる潤滑剤でディップ処理して潤滑層を形成して、MRヘッド用磁気ディスクを得た。

【0124】得られた磁気ディスクについてグライドテストを実施したところ、基板の変形、及びアルカリの溶出やヤケ等による異物に起因するヒットやクラッシュは認められなかった。また、磁性層等の膜に欠陥が発生していないことも確認できた。

【0125】また、耐候性及び寿命を調べたところ、ガラス基板表面の変質に起因する磁性膜等の劣化や欠陥は認められなかった。

【0126】実施例13

実施例1～11で得られた磁気ディスク用ガラス基板の両面に、インライン式のスパッタリング装置を用いて、Cr下地層、CrMo下地層、CoPtCr磁性層、C保護層を順次成膜して磁気ディスクを得た。上記磁気ディスクについて実施例12と同様のことが確認された。

【0127】実施例14

下地層をAl/Cr/Crとし、磁性層をCoNiCrTaとしたこと以外は実施例13と同様にして薄膜ヘッド用磁気ディスクを得た。上記磁気ディスクについて実施例12と同様のことが確認された。

【0128】以上好ましい実施例をあげて本発明を説明したが、本発明は必ずしも上記実施例に限定されるものではない。

【0129】例えば、ピロ硫酸塩等の熔融塩の加熱温度、種類、浸漬時間等は実施例のものに限定されず要求品質レベル等に応じ適宜変更して実施できる。また、製造工程中の任意の工程の後に、必要に応じ、洗浄工程を実施できる。

【0130】

【発明の効果】以上説明したように本発明方法によれば、情報記録媒体用基板を、硫酸水素塩等の熔融塩に浸漬して処理することで、アルカリ等の溶出を著しく抑えることができるとともに、処理液に水分を供給又は補うことで、水分が蒸発しピロ硫酸塩の結晶が析出して処理の効果が低下することがなく、処理の効果を持続しつつ長期間連続して均一に処理できる。

【0131】また、本発明の情報記録媒体によれば、アルカリ等の溶出を著しく抑制できる情報記録媒体用基板を使用しているため、耐候性及び寿命に優れ高い信頼性

を有する情報記録媒体を製造できる。

【0132】さらに、本発明のガラス製品及びその製造方法によれば、アルカリやその他の成分の溶出を著しく抑えた製品が得られるので、耐候性及び寿命に優れた信頼性を有するガラス製品が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】水蒸気の供給方法の一態様を説明するための図である。

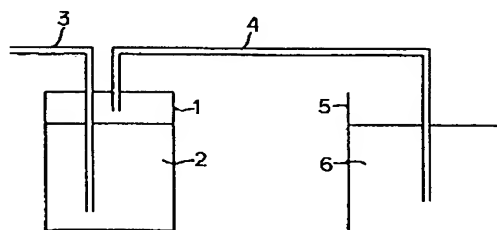
【図2】水蒸気の供給方法の他の態様を説明するための*

* 図である。

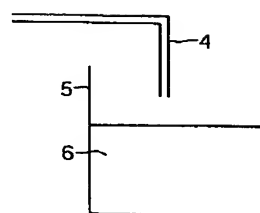
【符号の説明】

- 1 密閉容器
- 2 水
- 3 エアー供給管
- 4 スチーム管
- 5 処理槽
- 6 熔融塩

【図1】



【図2】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.